

PI NL 7508684 A 19760202 (197607)\*  
DE 2533455 A 19760212 (197608)  
DK 7503410 A 19760412 (197620)  
JP 51037819 A 19760330 (197620)  
FR 2280585 A 19760402 (197621)  
PRAI US 1974-492807 19740729  
IC B01J017-40; C01B033-02; C22B061-00  
AB NL 7508684 A UPAB: 19930901

<--

In the continuous prepn. of silicon for semiconductors by passing a decomposable gaseous source of silicon into a reaction chamber in which it is decomposed and precipitates silicon, the gaseous source particularly trichlorosilane is brought into contact with rods in the reaction chamber heated to a temp. of  $\geq 1415$  degrees C, so that the precipitated silicon in the liq. state drips downwards and is collected in the reaction chamber. Very much higher production rates can be achieved which do not vary with time since there is no change in the mean diameter of the rods as is the case when the silicon is deposited as solid.



特許願 (A) (特許法第38条ただし書の規定による特許出願)



昭和 39 年 7 月 25 日

特許庁長官 斎藤 英 雄 殿

1. 発明の名称 ケイソ レンゾクアセチンワウのオロ ソウチ  
結晶の連続的製造方法及び装置

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数 2

3. 発明者  
住所 アメリカ合衆国アリゾナ州 55018  
フェニクス ノース フォーティース  
ストリート 3111 ビルディング シー  
アパートメント 612  
氏名 ジョン・ラフセル・レンフィンク  
(ほか 1 名)

4. 特許出願人  
住所 アメリカ合衆国イリノイ州 60631 シカゴ  
エヌ イースト リバー ロード 5725  
名称 モトローラ・インコーポレーテッド  
代表者 ビンセント・ジョセフ・ロウナー  
国籍 アメリカ合衆国

5. 代理人  
住所 〒100 東京都千代田区横が関 3 丁目 2 番 4 号  
霞山ビルディング 7 階 電話 (581) 2241 番 (代表)  
(5925) 氏名 弁理士 杉 村 曉 秀  
(ほか 1 名)

# 明 細 書

1. 発明の名称 結晶の連続的製造方法及び装置

## 2. 特許請求の範囲

1. 結晶を連続的に製造するにあたり、反応室内の堆積層を少なくとも 1415℃ 以上の温度に加熱する段階と、結晶の分解可能なガス状給源を前記反応室に通してこのガス状給源を分解し堆積層上に結晶を液体状で堆積する段階と、前記液体状結晶を反応室底部内に捕集する段階とを有することを特徴とする結晶の連続的製造方法。
2. 結晶の連続的製造装置において、反応室と、前記反応室内に配置した複数個の円筒状堆積層と、前記堆積層を結晶の融点以上に加熱する装置と、前記反応室内に配置されて液体状の前記結晶を捕集する装置とを具備することを特徴とする結晶の連続的製造装置。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は結晶、特に半導体用結晶の製造方法及び装置に関するものである。

① 日本国特許庁

## 公開特許公報

① 特開昭 51-37819

④ 公開日 昭51. (1976) 3. 30

② 特願昭 50-91497

② 出願日 昭50. (1975) 7. 25

審査請求 未請求 (全5頁)

庁内整理番号 7128 42

7047 42 7128 42

6521 57

6616 42

⑤ 日本分類

10 R321

99(9)A0

10 A21

13(7)D63

12 A26

⑤ Int. Cl<sup>3</sup>

C01B 33/02

H01L 21/02

C23C 17/00

電子工業では結晶を半導体物質として使用することは広く行なわれている。半導体物質の結晶を工業的に多量製造する方法は多数開発されている。これ等の方法は高純度の結晶体を出発元素として使用するのが通常である。この出発物質上に、分解可能な結晶化合物から蒸気相から堆積により、同等高純度の結晶を生長させる。結晶化合物の分解は高温で生ずる為此の出発結晶元素上に結晶の生長を生じさせるためには、この結晶元素を普通電気的加熱により分解温度に加熱しなければならない。然し高純度の結晶は常温で著しく高い電気抵抗を示す。幸いなことに、この高い電気抵抗は温度の上昇に伴ない迅速に減少する。かくて、補助エネルギー源を最初用いて高抵抗結晶体を常温から所定高温(結晶体が通常の電流に対し十分に導電性であつて結晶体を所定分解温度に維持する温度)まで加熱する必要があることが見出されている。次いで、分解可能な結晶化合物を反応室に通し、結晶を結晶体上に生長させる。

他の結晶堆積方法においては、タングステン又

はチタン等の金属フィラメントを堆積部材として用いる。前述の方法と同様に、この金属フィラメントを通常約 $1100^{\circ}\text{C}$ の堆積温度に加熱し、分解可能な珪素化合物から成る給源を反応室内に通して分解させる。適当量の多結晶珪素の堆積に就いて、堆積棒を反応室から取出し、これからフィラメントをドリル又は食刻により取外す。

前述の2方法の場合とも、堆積速度は表面積増大により、珪素棒自体の生長の増大に伴ない増大する。即ち、小直径の棒又はフィラメントを用いると、当初の堆積速度は遅いが、その上に珪素が堆積して直径が大となるに伴ない速くなる。然し、都合が悪いことには、例えば約 $10.2\text{cm}$ (4インチ)の大直径の円筒状多結晶珪素となつて高速の堆積速度に達した場合、ガス流を停止し円筒状珪素を反応室から取出さなければならぬ。次いでフィラメント又は棒を置き直し処理を遅い堆積速度から再開しなければならぬ。それ故、大きな堆積速度を維持し、パッチ処理を解消することが、明らかに有利である。

集する。

本発明においては、トランジスター、整流器、光電池及びその他の同様な部材、装置及び回路等の半導体として用いるのに適当な珪素の製造方法及び装置を得る。通常、本発明方法は所定堆積温度に維持されている心棒上にガス状珪素化合物から珪素を堆積温度で析出させる既知技術を利用する。この既知技術においては、堆積棒を珪素の融点以下の約 $1100^{\circ}\text{C}$ の温度に維持する為、珪素は固体状でこの堆積棒上に堆積し捕集される。出発時の棒物質上に珪素が形成された後反応を停止し、珪素が形成された棒を取出してさらに処理しなければならない。反応室内には新しい棒を挿入し処理を再開する。

本発明は堆積棒を珪素の融点(約 $1415^{\circ}\text{C}$ )以上の温度に維持することに特色がある。珪素はガス状給源からなおも分解するが液体状にとどまり、堆積棒上で固体として捕集されるよりは堆積棒から融れて下方に流下する。 $1100^{\circ}\text{C}$ 又は $1415^{\circ}\text{C}$ で堆積した珪素の平衡量の差は、幾分無視すること

本発明の1目的は、珪素を新規な模式で製造する方法を得るにある。

本発明の他の目的は、半導体用途に適当な珪素の実用的且つ経済的製造方法を得るにある。

本発明のさらに他の目的は、半導体用途に適当な珪素の連続的製造方法を得るにある。

本発明のさらに他の目的は、液体状珪素を連続的に製造する方法及び装置を得るにある。

本発明のさらに他の目的は、堆積した珪素が液体状であり、連続的基準で捕集されるまで液体状に維持される方法及び装置を得るにある。

本発明のさらに他の目的は、珪素の融点以上の温度に維持される棒上に、分解可能な珪素給源から珪素を堆積するにある。

前述の諸目的に従つて本発明は、複数個の堆積棒を収容する反応室を用い、珪素を連続的に製造する方法及び装置を提供する。各棒は珪素の融点 $1415^{\circ}\text{C}$ 以上に加熱する。分解可能な珪素給源は反応室に通し、融解した形状の珪素は棒上に捕集した後重力により反応室底部に滴状で落下させ捕

とができる。実際、 $1415^{\circ}\text{C}$ では僅かに多量の珪素が堆積する。然し、温度がさらに増大すると、珪素が拡散によりガス状形態に戻りガス状蒸気中の他成分と再結合する為、実際には反応が逆方向となり得る。反応速度の一そう大きな増大は、ガス状原子の拡散通路長さを減少することにより得ることができる。この拡散通路長さの減少は、堆積棒の容積を空腔空間に比べて大とすることにより得ることができる。明らかに堆積棒容積を空腔空間に対して増大することは、堆積する珪素を受取る為利用可能な棒の比例的表面積をも増大する。堆積棒の表面積は、単に1本の堆積棒の容積を増大するよりも、比較的小さい堆積棒を多数用いることにより、著しく増大する。また、堆積棒が珪素の融点以上の温度に維持されて珪素が液体状で重力により堆積棒から流下して捕集されるに、反応室内の堆積棒の表面積は比較的一定に留まり、処理工程はパッチ操作よりも連続操作となる。

本発明を次に図面につきさらに詳細に説明する。

第1図において、反応室10は本発明により液体

状で珪素を連続的に堆積する。反応室10は略々筒状の側壁11と、基底部材12と、頂部蓋13とを具える。側壁11は比較的厚い絶縁被覆14により取囲まれている。反応室10内には頂部蓋13により支持される多数の堆積棒15を配置する。堆積棒15は頂部蓋13から垂下され、その下端は反応室10の基底部材12の僅かに上方で終っている。裏張16(これは予め堆積した固体状珪素でも支えられない)を反応室10の基底部材12に設けて、液体状珪素17の捕集を便ならしめることができる。

端子18を介して電力供給線を堆積棒15に接続し、ガス状珪素給源を反応室10内に送入管19から送入する。反応室から過剰ガスを除去する排出管は図面中では省略してある。

従来技術においては、68.58cm(27インチ)の内径を有する代表的反応室内で、平均して560g/hの珪素を260時間に亘つて堆積する。かくて堆積速度は0.31g/h/平方インチである。然し操作の終期には、珪素直径が約10.2cm以上になると堆積速度は1106g/hとなり、平均的珪素堆

積速度560g/hの約2倍となる。かくて仮りに本発明に従つて、1本の直径約10.2cmの堆積棒を珪素融点以上の温度に維持すれば、この1106g/hの堆積速度と同じ約1100g/hの堆積速度を連続的に維持することができる。

一だんと効率的な方法は、多数の小直径の堆積棒15を用い、これにより反応室10に対する容積/表面積比を最大とすることである。例えば、前述したと同じ内径68.58cmの反応室は、直径1.27cm(0.5インチ)長さ約0.91m(3フィート)の堆積棒約740本を収容することができる。このことは反応室10の堆積速度を約2000%増大する。接近して配置された堆積棒15が堆積速度の比例的増大に伴ない平均拡散通路を急激に減縮する為、堆積速度は実際にはこれより早くさえる。

第2図は700本以上もの堆積棒15を収容する反応室10の断面を示し、大表面積の形成と平均長さの小さい拡散通路とを示す。各堆積棒15は第3図に示すように円筒状であることが好ましく、石英管21により被覆された高密度のグラフアイトであ

ることが好ましい。即ちグラフアイトは石英を強化し、石英は炭素が珪素を汚染しないようにする。円筒状グラフアイト20には穿孔22及び23を設けて加熱フィラメント24をこれ等の穿孔内に配置し、このフィラメント24を端子18に接続し電気エネルギー源から電力の供給を受けるようにする。

本発明のさらに他の1例においては、第4図に示すように堆積棒15は円筒状グラフアイト20と被覆石英21とを具える。円筒状グラフアイト20及びその内部を貫通する穿孔22の両端には導電板25及び26を設け、円筒状グラフアイト20の両端を導電線で接続する。この形式の堆積棒においては、円筒状グラフアイトを被覆石英の抵抗加熱器として用いる。

第5図は珪素製造時における汚染の一そう少ない堆積棒を示す。この堆積棒15は全体が珪素から成り、内部を貫通する穿孔22を通し堆積棒15の両端に導電線を接続することができる。珪素棒自体は電気抵抗が常温では高いが高温では低い為、堆積棒表面上の液体状珪素の被覆は導電通路を形

成して堆積棒15を抵抗加熱し、一方堆積棒15の内部は充分な断熱性を有する為堆積棒表面が維持される珪素融点より低温に維持される。かくて珪素棒は表面が融点温度にあつてもその物理的連続性を保持する。

珪素堆積棒の内部が断熱にその物理的一体性を維持するように、第6図に示す堆積棒15を用いることができる。堆積棒15は珪素を材料として成り、貫通穿孔30を有し、これにより導電線31を堆積棒15の両端に接続することができる。堆積棒15の内部を貫通する通路32を設け、この通路32に冷却剤を通して珪素棒15の中心が断熱に珪素の融点より低温に維持されるようにする。一方この時堆積棒表面は1415℃又はこれより若干高温に維持されている。

操作にあつては、堆積棒15を約1415℃に加熱し、10%のトリクロロシランと水素との混合物を送入管19から導入する。高温の堆積棒とトリクロロシランが接触すると、トリクロロシランは珪素、水素及び塩素に分解する。堆積した珪素は汚

・体状に留まり、堆積棒から捕集用の鉢状蓋張16内に滴り落ちる。液体状珪素は第7図に示すようにせき装置を介し反応室10から取出す。同図に示すように、反応室10は反応室の側壁11に設けた排出孔部35を具え、この排出孔部35はせき室36と連通し、せき室36は排出孔部37を具え、排出孔部37は液体状珪素を捕集部材38上へ引出すことを可能とする。捕集部材38は例えばコンベヤベルトを用いることができ、かくてこれにより互化した珪素のテープ又は条片が形成され、半導体ウエハの製造に適当な単結晶珪素に酸化する為に前方に運ばれる。

かくて明らかなように本発明に依れば、ガス状給源特にトリクロルシランから珪素を連続的に製造する方法及び装置が得られる。然し、四塩化珪素又はその他のヘロゲン化珪素も用いることができる。

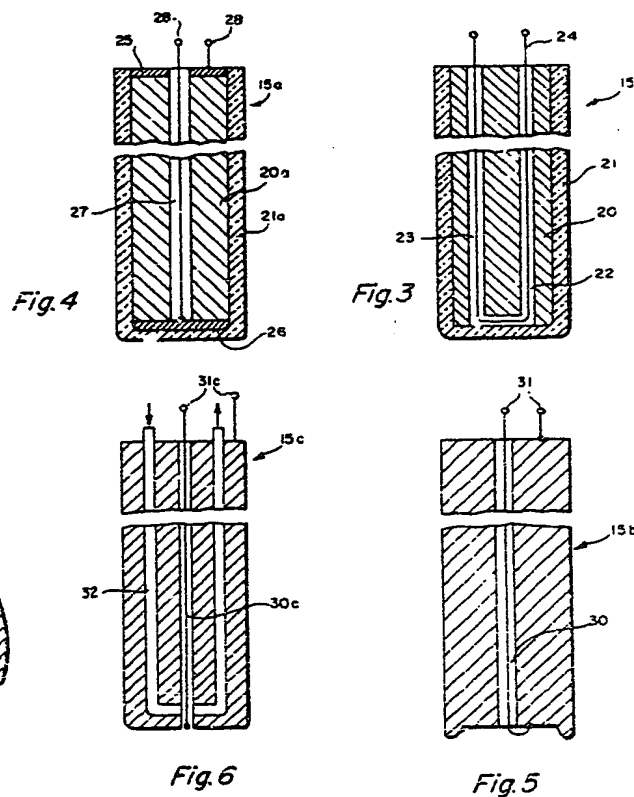
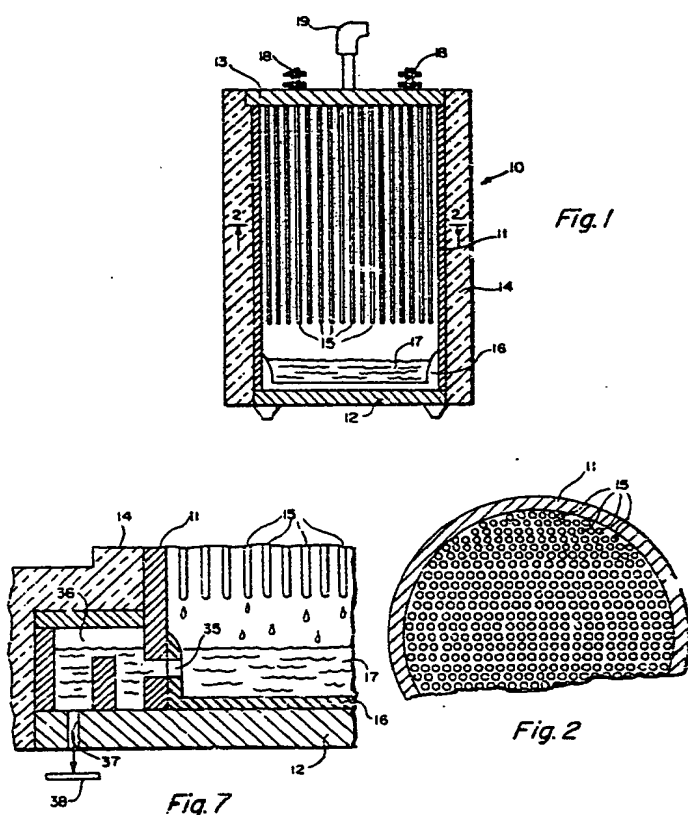
本発明を好適な実施例につき説明したが、本発明の広汎な精神と視野を逸脱することなく種々の変更及び修整を為し得ること勿論である。例えば

RF加熱を用いることもできる。また、中空堆積棒の内方に堆積させることもできる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明により珪素を連続的に製造する為の反応室を示す線図的断面図、第2図はその2-2線上の断面図、第3図は本発明に係る堆積棒の線図的断面図、第4～6図は本発明に係る堆積棒の他の例を示す線図的断面図、第7図は反応室の融解珪素を捕集する部分の線図的断面図である。

10…反応室、11…反応室10の側壁、12…反応室10の底部、13…頂部蓋、14…絶縁被覆、15、15a、15b、15c…堆積棒、16…蓋張、17…液体状珪素、18…端子、19…送入管、20、20a…円筒状グラファイト、21、21a…被覆石英管、22、23…穿孔、24…加熱フィラメント、25、26…導電板、27…穿孔、28…端子、29…穿孔、30、30a…穿孔、31、31c…端子、32…通路、33、37…排出孔部、34…せき室、38…捕集部材。



6. 添附書類の目録

- (1) 明 細 書 1 通
- (2) 図 面 1 通
- (3) 願 書 副 本 1 通
- (4) 委 任 状 1 通 (原本及訳文)
- (5) 優先権証明書 1 通 (原本及訳文)
- (6) 国籍並法人証明書 1 通 (原本及訳文)

7. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発 明 者

住 所 アメリカ合衆国アリゾナ州 85253  
パラダイス バレー イースト アップオール  
ドライブ 6505  
氏 名 マルコム・ジョセフ・ルス

(2) 代 理 人

居 所 〒100 東京都千代田区霞が関3丁目2番4号  
霞山ビルディング7階 電話(581)2241番(代通)  
(7205) 氏 名 弁護士 杉 村 興 作